



## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

<b>(51) Classification internationale des brevets<sup>4</sup> :</b> <b>G11B 5/64, H01F 10/26</b> <b>B05D 3/06</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Numéro de publication internationale:</b> <b>WO 87/ 06385</b> <b>(43) Date de publication internationale:</b> 22 octobre 1987 (22.10.87)
<b>(21) Numéro de la demande internationale:</b> PCT/CH87/00044 <b>(22) Date de dépôt international:</b> 21 avril 1987 (21.04.87) <b>(31) Numéro de la demande prioritaire:</b> 1596/86-1 <b>(32) Date de priorité:</b> 18 avril 1986 (18.04.86) <b>(33) Pays de priorité:</b> CH <b>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US):</b> BATTLE MEMORIAL INSTITUTE [US/CH]; 7, route de Drize, CH-1227 Carouge (CH). <b>(72) Inventeurs; et</b> <b>(75) Inventeurs/Déposants (US seulement) :</b> ZEGA, Bogdan [YU/CH]; 67, rue de Lyon, CH-1203 Genève (CH). BELLMANN, Günter [DE/CH]; 39, chemin de la Dauphine, CH-1291 Commugny (CH). NGUYEN, Van, Tao [FR/FR]; Copponex, F-74350 Cruseilles (FR).		<b>(74) Mandataires:</b> DOUSSE, Blasco etc.; 7, route de Drize, CH-1227 Carouge (CH). <b>(81) Etats désignés:</b> BE (brevet européen), CH (brevet européen), DE (brevet européen), DK, FR (brevet européen), GB (brevet européen), IT (brevet européen), JP, SE (brevet européen), US.  <b>Publiée</b> <i>Avec rapport de recherche internationale.</i>
<b>(54) Title:</b> METHOD FOR MAKING A SMOOTH SURFACE ON A SUBSTRATE <b>(54) Titre:</b> PROCEDE POUR REALISER UNE SURFACE LISSE SUR UN SUBSTRAT <b>(57) Abstract</b> <p>In order to make a smooth surface by deposition of a thin layer of which the rugosity is one order of magnitude at least lower than that of the substrate, there is used a photopolymerizable varnish capable of wetting evenly the substrate and of which the free surface is either moulded and polymerized by electromagnetic radiation through the transparent wall of the mould whose surface has the desired rugosity, or is formed outside a mould by means of the centrifugal force or by lamellar flow particularly, and polymerized by an electromagnetic or corpuscular radiation such as a beam of electrons.</p> <b>(57) Abrégé</b> <p>Pour réaliser une surface lisse par dépôt d'une couche mince dont la rugosité est d'un ordre de grandeur au moins inférieur à celle du substrat on utilise un vernis photopolymérisable susceptible de mouiller uniformément le substrat et dont la surface libre est soit moulée et polymérisée par un rayonnement électromagnétique à travers la paroi transparente du moule dont la surface présente la rugosité désirée, soit formée en dehors d'un moule à l'aide de la force centrifuge ou par écoulement lamellaire notamment et polymérisée par un rayonnement électromagnétique ou corpusculaire tel qu'un faisceau d'électrons.</p>		

**UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	FR	France	ML	Mali
AU	Australie	GA	Gabon	MR	Mauritanie
BB	Barbade	GB	Royaume-Uni	MW	Malawi
BE	Belgique	HU	Hongrie	NL	Pays-Bas
BG	Bulgarie	IT	Italie	NO	Norvège
BJ	Bénin	JP	Japon	RO	Roumanie
BR	Brésil	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CF	République Centrafricaine	KR	République de Corée	SE	Suède
CG	Congo	LI	Liechtenstein	SN	Sénégal
CH	Suisse	LK	Sri Lanka	SU	Union soviétique
CM	Cameroun	LU	Luxembourg	TD	Tchad
DE	Allemagne, République fédérale d'	MC	Monaco	TG	Togo
DK	Danemark	MG	Madagascar	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande				

## PROCÉDE POUR REALISER UNE SURFACE LISSE SUR UN SUBSTRAT

La présente invention se rapporte à un procédé pour réaliser une surface lisse sur un substrat avec une rugosité d'au moins un ordre de grandeur inférieur à celle du substrat, selon lequel on forme un revêtement d'une résine polymérisable sur au moins une face de ce substrat et on polymérise ce revêtement.

Il existe actuellement, notamment dans le domaine des disques durs pour ordinateurs du type "Winchester" ou dans celui des miroirs pour lasers de puissance, la nécessité de réaliser des états de surfaces dont la rugosité ne peut être obtenue que par des usinages coûteux au diamant.

Dans le domaine des miroirs destinés aux lasers de puissance, le taux de réflexion doit être quasi total et seule une absorption très faible est tolérable compte tenu des densités d'énergie à réfléchir et à condition que le miroir lui-même soit en un matériau suffisamment bon conducteur thermique pour lui permettre d'évacuer la fraction du rayonnement laser incident absorbée. C'est la raison pour laquelle ces miroirs sont constitués par une surface d'aluminium polie jusqu'à un degré de rugosité de l'ordre du centième de micron. Un tel usinage coûte cher, surtout lorsqu'il s'agit de miroirs à surface parabolique.

Les disques du type "Winchester" sont utilisés comme disque à grande capacité de stockage dans les ordinateurs. La densité d'information enregistrée est d'autant plus grande que la tête d'enregistrement vole plus près de la surface du disque alors que celui-ci est entraîné à sa vitesse de rotation conventionnelle qui est de 3600 t/mn. Il est désirable que la distance entre cette tête et la surface du disque soit la plus petite possible, p. ex.  $< 0,25 \mu\text{m}$ , ce qui implique naturellement que la rugosité du disque soit sensiblement plus faible que cette distance, soit  $< 0,05 \mu\text{m}$  et ne présente absolument aucun défaut qui, en cas de contact avec la tête engendrerait immédiatement de gros dégâts, compte tenu de la vitesse de rotation du disque.

Pour obtenir cette surface, les disques, dont la masse doit être faible, sont généralement réalisés à partir d'une tôle d'un métal à faible densité tel que l'aluminium ou un alliage d'aluminium notamment avec Mg et Si. Cette faible masse constitue un facteur important pour obtenir une accélération rapide jusqu'à 3600 t/mn. En outre, tout le matériel actuellement sur le marché est adapté au coefficient de dilatation thermique de

l'Al ( $24 \pm 1.10^{-6}$  par °C). Les flans sont découpés et ensuite recuits pour relacher les contraintes dans le métal et éviter ainsi la déformation ultérieure du disque. Ensuite, le flan de métal est rectifié au diamant sur une machine spéciale pour obtenir la surface plane et lisse désirée. L'opération en elle-même et la machine coûtent cher. En outre l'état de surface obtenu dépend beaucoup de la structure de l'alliage utilisé. C'est ainsi que les inclusions microscopiques de phases plus dures que la matrice sont facilement arrachées lors de l'usinage, créant ainsi des cavités de dimensions qui dépassent facilement 1  $\mu$ m.

Etant donné que le disque en aluminium recuit et poli présente une faible dureté, il est revêtu d'une couche plus dure, p. ex. de Ni-phosphore, déposée par voie chimique, avant de recevoir la couche magnétique d'enregistrement d'information.

On a proposé, dans le EP 0 055 819 une solution qui permet d'éviter l'opération de polissage au diamant en la remplaçant par un revêtement de résine polymérisable par la chaleur. Selon ce procédé, on dépose sur un substrat un revêtement uniforme d'une matière prépolymère choisie parmi les polyimides, des "novolaques", des prépolymères époxy et diacétyléniques, ensuite on chauffe le substrat pour fondre le prépolymère jusqu'à une viscosité suffisamment basse pour qu'il flue sur la surface du substrat et on le maintient dans cet état durant une période suffisante pour que la surface du revêtement devienne lisse et ensuite on monte la température de chauffage pour polymériser cette matière prépolymère.

Cette solution présente beaucoup d'inconvénients et l'un des principaux est celui de travailler à chaud. Outre que le travail à chaud est relativement lent, il risque surtout d'entraîner une déformation du substrat qui, dans le cas d'un disque dur pour ordinateur, est absolument intolérable pour les raisons invoquées précédemment. Il faut en effet non seulement que la rugosité du substrat se situe dans les limites sus-mentionnées, mais évidemment que le substrat reste parfaitement plan. Un autre inconvénient de cette solution provient du fait que l'on ne peut revêtir qu'une face à la fois, ce qui, dans le cas d'un disque dur pour ordinateur nécessite de répéter l'opération sur l'autre face, et double le temps d'opération.

On connaît les propriétés des vernis formés des composés du groupe acrylate. Il s'agit de vernis relativement durs, polymérisables aux rayons UV. Les propriétés de ces vernis ont déjà été proposées dans le cadre de la fabrication de disques vidéo, en tant qu'alternative au procédé classique



de moulage à chaud à l'aide de résine thermoplastique par compression, entre deux parties d'un moule chauffé, d'une masse de résine qui s'étale radialement vers l'extérieur en prenant la forme de l'empreinte. Ce procédé nécessite le refroidissement du moule avant le démoulage du disque. Avec la résine photopolymérisable, on étale à froid cette résine relativement fluide entre l'empreinte du moule et un substrat transparent et on polymérise la résine par rayons UV traversant le substrat avant de démouler.

Outre que ce procédé est prévu pour mettre de l'information sur un substrat et ne se rapporte donc pas au problème qui nous préoccupe, le fait de photopolymériser la résine, dans laquelle est moulée l'information, à travers le substrat transparent qui porte cette résine, empêche de revêtir les deux faces du substrat, celui-ci étant rendu opaque au rayonnement une fois qu'une face a été revêtue. Ce rayonnement est alors absorbé par le ou les photoinitiateurs associés au vernis polymérisé recouvrant la première face du substrat. Par ailleurs, la photopolymérisation étant faite à travers le substrat en PMMA, ce matériau absorbe une proportion importante du rayonnement, de sorte que pour réduire l'échauffement du substrat on travaille à faible puissance et la polymérisation dure alors environ 5 mn.

La présente invention a pour but de remédier au moins partiellement aux inconvénients susmentionnés, en permettant de travailler à température relativement basse et d'augmenter considérablement la productivité, ce qui constitue deux améliorations importantes.

A cet effet, la présente invention a pour objet un procédé selon la revendication 1.

Les avantages de cette invention sont évidents. Non seulement la couche de vernis remplace l'opération de rectification au diamant de la surface du disque qui revient chère, mais de plus, comme on le verra dans la suite de la description, le choix judicieux du vernis permet de réaliser un substrat dont la résistance à l'abrasion et aux chocs est excellente, ce qui conduit également à supprimer l'opération de revêtement de Ni ou autre généralement réalisée sur l'aluminium poli afin d'en augmenter la dureté et par là même sa résistance aux atterrissages de la tête sur le disque lors de l'arrêt de celui-ci. Ce substrat se prête en particulier très bien au dépôt d'une couche mince par évaporation sous vide ou par pulvérisation cathodique, qui sont les techniques les plus modernes de formation de la mémoire magnétique ou magnéto-optique.

Comme on le verra par la suite, selon une forme d'exécution préférée de l'invention les deux faces d'un disque peuvent être revêtues simultanément.

ment ce qui augmente la productivité. La photopolymérisation faite à travers un milieu très peu absorbant, l'air ou le verre permet d'utiliser des puissances industrielles de l'ordre de 80 W/cm et de réduire le temps de polymérisation à quelques secondes voire un peu plus de la dizaine de secondes et ceci simultanément pour les deux faces d'un disque lorsqu'il s'agit de disque, ce qui augmente considérablement la productivité.

Nous allons maintenant décrire ci-après différents modes de réalisation du procédé selon l'invention illustrés à l'aide du dessin annexé.

Les figures 1 à 4 représentent des diagrammes de rugosité avant et après le revêtement du substrat.

En premier lieu, nous décrirons trois voies utilisables pour revêtir les surfaces d'un disque d'aluminium ou d'alliage d'aluminium, de vernis photopolymérisable dur dont on parlera plus en détail par la suite.

Selon la première de ces voies, on découpe des flans dans une tôle d'aluminium dont la surface est régulière mais microrugueuse comme l'est une tôle laminée par exemple avec une rugosité de l'ordre de quelques  $\mu\text{m}$  voire moins. Il est alors dégraissé et traité avec un promoteur d'adhésion, puis trempé dans un bain de monomère, ou d'un oligomère dissous ou dilué avec un monomère réactif, avec addition d'un photoinitiateur. Il est ensuite retiré de ce bain qui laisse sur ses faces une couche uniforme de liquide que l'on expose alors respectivement à une source de rayonnement UV, qui polymérise le monomère. Ces opérations se déroulent à l'abri de la poussière.

Selon une autre voie, ces mêmes flans d'aluminium ou l'alliage d'aluminium sont placés sur un plateau tournant autour d'un axe vertical. Une quantité dosée de monomère ou d'oligomère dissous ou dilué dans un monomère réactif avec addition d'un photoinitiateur est versée au centre du flan, de sorte que la force centrifuge répartit uniformément ce liquide qui durcit, en l'exposant à un rayonnement UV dans une enceinte dépoussiérée. La même opération est alors répétée sur l'autre face.

Selon la troisième voie qui constitue le mode de réalisation préféré de l'invention, le monomère ou l'oligomère dissous ou dilué dans un monomère réactif avec addition d'un photoinitiateur, est répandu sur les deux faces du flan métallique et moulé dans un moule à parois transparentes aux UV, de préférence en verre, les faces de ce moule étant parfaitement planes et polies au degré de polissage désiré pour le revêtement de vernis formé sur le flan. Le vernis est alors polymérisé aux UV comme précédemment, mais simultanément à travers les deux parois transparentes du moule, de sorte

que le flan revêtu, constituant l'ébauche du disque dur est alors prêt pour recevoir la couche magnétique.

Il est possible d'envisager encore d'autres modes de formation de la couche de vernis pour autant que ceux-ci permettent de satisfaire aux exigences relatives à l'état de surface.

Dans les exemples décrits ci-dessus, il est toujours question de polymérisation aux rayons UV, donc de vernis photopolymérisables. Ce type de vernis est choisi pour des raisons pratiques, la polymérisation étant obtenue en quelques secondes voire quelques dizaines de secondes avec un chauffage très faible du substrat. Le fait de travailler pratiquement sans chauffage est un gain de temps, d'énergie et évite la déformation du substrat. En outre, parmi les vernis photopolymérisables, ceux appartenant aux composés polyacrylates sont connus pour leurs propriétés mécaniques remarquables, notamment en ce qui concerne la dureté et la résistance à l'abrasion. De plus, leur surface se prête aussi très bien au dépôt de couches minces par évaporation sous vide ou par pulvérisation cathodique qui sont les techniques utilisées pour former les couches magnétiques sur les disques durs destinés aux ordinateurs.

En outre, dans le cas des deux premières voies utilisées pour étendre le vernis photopolymérisable sur le substrat, qui n'ont pas recours au moulage, il y a lieu de remarquer que le monomère utilisé ou l'oligomère dissout ou dilué dans un monomère réactif reste constamment liquide, c'est-à-dire que ses tensions de surface ont constamment tendance à former une couche lisse à la surface du substrat, sans reproduire une réplique des défauts du substrat. Cette propriété, les vernis utilisés la conservent tant qu'ils ne sont pas polymérisés. Il suffit donc de laisser aux tensions superficielles le temps de tendre la surface libre du revêtement, ce qui est d'autant facilité que les produits utilisés sont naturellement peu visqueux, pour obtenir l'état de surface désiré.

Il a également été proposé d'améliorer encore les propriétés mécaniques des vernis photopolymérisables par adjonction de charges minérales greffées, notamment de silice ou d'alumine broyées à des dimensions microscopiques, comme décrit notamment dans le brevet EP-0.069.133.

Différents essais ont été réalisés avec des vernis appartenant aux composés polyacrylates chargés ou non avec de la silice greffée. Les exemples ci-après donnent les différentes compositions utilisées.



### Exemple 1

Vernis photopolymérisable aux UV sur un substrat Al. L'exemple d'une telle composition est tiré de "UV Curing: Science and Technology" Volume II de S. Peter Pappas édité par Technology Marketing Corporation, 1985. Une telle résine comporte en poids, 58% de Celrad<sup>®</sup> 3700 (oligomère époxy acrylate) de Celanese Plastics, 20% de triméthylolpropane triacrylate, 10% de 2-éthylhexyl acrylate, 5% de N-vinyl-2-pyrrolidone (GAF) à quoi on ajoute les additifs suivants: 3% de benzophénone, 2% de diméthylaminophénol et 2% de Fluorad<sup>®</sup> FC-430 (3M). On a polymérisé à l'air un film de 25 µm d'épaisseur avec une source UV de 80W/cm à une vitesse de 3 m/mn.

### Exemple 2

Il s'agit également d'une photopolymérisation aux UV d'un vernis polyacrylate chargé avec de la silice greffée. Un tel vernis est notamment décrit dans le EP-0.069.133 et la silice greffée est décrite dans le US-4.482.656.

On a mélangé 20 g de silice greffée A-174 (Union Carbide), préparée selon le procédé décrit dans ce brevet US 4.482.656, à 80 g d'un mélange 2:1 en poids de diéthylène-glycol diacrylate et d'un prépolymère acrylique Ebecryl<sup>®</sup> 220 (Union Chimique Belge) dans un broyeur planétaire "Pulverisette" (Fritsch Co, Allemagne) pendant deux heures et ensuite filtré sur un filtre à trous de 40 µm. La viscosité à température ambiante est de 342 ± 30 mPl. A ce mélange, on a encore ajouté 2-4 g d'un photoinitiateur tel que le Darocure<sup>®</sup> 1173 (Merck) et 0-10 g d'un agent promoteur d'adhérence tel que le PA-170 (UCB).

Cette composition a été versée sur un disque d'aluminium et recouverte ensuite d'une plaque de verre poli parfaitement propre, que l'on a pressée contre le disque pour évacuer tout l'air pour avoir une couche uniforme. On a polymérisé le revêtement à travers la plaque de verre par irradiation avec une source UV de 80 W/cm pendant 5 à 30 s. La plaque de verre est enlevée après polymérisation par immersion dans l'eau pendant quelques minutes. De cette manière, on obtient un revêtement qui reproduit l'état poli de la plaque de verre.

### Exemple 3

Cet exemple se rapporte à une composition polymérisable à l'aide d'un faisceau d'électrons et comprenant 80 parties en poids d'un oligomère Ebecryl<sup>®</sup> 810 (UCB), 10 parties en poids de tripropylène-glycol diacrylate



et 10 parties en poids d'un promoteur d'adhérence PA-170 (UCB).

#### Exemple 4

Pour réaliser la polymérisation photocationique d'époxides cycloaliphatiques on a mélangé 39,9 parties en poids de Cyracure<sup>®</sup> UVR-6110 qui est une résine époxyde de base (Union Carbide) 19,2 parties en poids de Cyracure<sup>®</sup> UVR-6200 qui est un diluent époxyde (Union Carbide), 36,4 parties en poids de Cyracure<sup>®</sup> UVR-6351, flexibilisant à base d'époxy (Union Carbide), 4,0 parties en poids d'un initiateur photocationique FX-512 (3M) et 0,5 parties en poids d'un surfactant Byk-300 (Byk-Malinkrodt). La viscosité est d'environ 2,25 Poise.

On a revêtu un disque d'aluminium comme décrit dans l'exemple 2 et on polymérise à travers une plaque de verre avec une source UV de 80 W/cm pendant 5-30 secondes. La plaque de verre est enlevée après une période de 24 heures pour permettre à la polymérisation de se terminer.

Dans ces exemples, le revêtement de vernis a été réalisé par la technique du moulage dans un moule de verre dont la surface a été polie avec le même degré de polissage que celui désiré pour la surface du disque. Après la polymérisation par exposition au rayonnement UV, qui dure quelques secondes à quelques dizaines de secondes, le flan est démoulé. Il est prêt pour recevoir la couche magnétique déposée par évaporation sous vide ou par PVD (dépôt physique en phase vapeur).

Dans les spécifications relatives à ce type de disques, la surface doit résister à 10'000 décollages et atterrissages de la tête, dont la force d'appui à l'arrêt est de 9 g. Sans procéder à ce test de longue durée on a effectué des essais d'empreintes à l'aide d'une pointe de diamant d'un microduromètre sur la surface de cette ébauche et on a comparé le résultat obtenu avec des disques durs conventionnels du type "Winchester". Cette simulation a été réalisée avec une pyramide Vickers sous charge de 10 g sur quatre échantillons différents, tous les échantillons testés ayant le même substrat de base en alliage Al d'une dureté de 130-150 VH (20 g).

Le premier disque testé dans les conditions mentionnées était recouvert de 30 µm de Nickel chimique plus 3 µm de Ni-Co chimique. L'empreinte mesurée est de 5 µm.

Le deuxième disque testé était recouvert de 6 µm environ d'alliage Ni-Co par évaporation oblique sous vide et de 0,2 µm de carbone dur comme couche de protection. L'empreinte mesurée est de 11 µm.

Le troisième disque est un disque d'alliage d'Al seul sur lequel l'empreinte mesurée est de 20  $\mu\text{m}$  environ.

Enfin, le disque selon l'invention est revêtu de 20  $\mu\text{m}$  de vernis photodurcissable chargé avec de la silice greffée, revêtement sur lequel on a déposé une couche de 0,1  $\mu\text{m}$  d'un alliage ferromagnétique à base de cobalt. La déformation consécutive à l'application de la pyramide Vickers n'a laissé aucune empreinte visible, ce qui signifie que cette déformation n'a pas dépassé la limite élastique de la couche. On peut donc admettre que la surface du disque formé à partir de l'ébauche réalisée selon le procédé objet de l'invention a une meilleure résistance à l'impact que les disques existants, cette résistance résultant à la fois de la dureté du vernis et de son élasticité.

On a encore procédé à d'autres tests destinés à mesurer la rugosité du revêtement, d'une part en fonction de la surface du moule, d'autre part, en fonction de la rugosité du substrat sur lequel cette couche est formée.

A cet effet, on a traité la surface du substrat avec une toile d'émeri présentant différents grains et on a mesuré la rugosité perpendiculairement aux traces d'abrasif.

Le diagramme de la fig. 1 est celui de la rugosité du flan d'aluminium traité avec une toile d'émeri de grain 250, avec un agrandissement de 5000 x. La figure 2 est un diagramme agrandi de 50000 x de ce même flan recouvert d'une couche de résine moulée et polymérisée aux UV à travers la paroi transparente du moule. On constate que la rugosité passe d'environ 3  $\mu\text{m}$  à 0,4  $\mu\text{m}$  et diminue donc d'un ordre de grandeur.

Le diagramme de la fig. 3 donne la rugosité agrandie 20000 x d'un flan d'aluminium traité avec une toile d'émeri avec un grain 600 et le diagramme de la fig. 4 donne la rugosité agrandie 50000 x du même flan revêtu de résine moulée selon l'invention. On constate que l'on passe d'une rugosité de l'ordre de 0,5  $\mu\text{m}$  à une rugosité de l'ordre de 0,04  $\mu\text{m}$ , soit également d'un ordre de grandeur inférieur.

Ces essais montrent que l'on peut obtenir une surface présentant une rugosité < 0,05  $\mu\text{m}$  à partir d'une surface dont le degré de rugosité est très sensiblement supérieur. Le procédé et le produit selon l'invention montrent donc qu'il est possible d'obtenir des ébauches de disques de type "Winchester" avec le degré de résistance de surface à l'impact des têtes et un poli de surface conformes aux exigences techniques et ceci à un coût de fabrication très sensiblement réduit, puisque le revêtement selon l'invention permet de remplacer deux opérations coûteuses, à savoir, le polissage

au diamant et le durcissement par dépôt d'une couche de nickel phosphore chimique ou autre.

Au cours de tests réalisés par moulage d'un revêtement sur des substrats en aluminium présentant une rugosité de 3  $\mu\text{m}$  en moyenne, en utilisant la formulation donnée dans l'exemple 2, on a obtenu des flans dont la rugosité moyenne est de 400 Å soit deux ordres de grandeur inférieurs à celle du substrat. En fait, on constate dans ce cas que la rugosité correspond à celle de la plaque de verre utilisée pour le moulage. Il semble que ces résultats remarquables soient dus à la présence de la silice greffée dans le vernis qui réduit très sensiblement le retrait au moment de la photopolymérisation.

#### Exemple 5

On a réalisé un revêtement d'un flan d'aluminium dont la rugosité moyenne est de 3  $\mu\text{m}$  par un procédé de revêtement par écoulement lamellaire d'un rideau de vernis dont la viscosité est <10 mP et dont la formulation correspond à celle de l'exemple 2 diluée dans 100 g d'éthanol pur, 55 g de monomère hexandioldiacrylate (HDDA), 2 g de Darocur® 1173 de Merck et 2 g d'Irgacur® 184 de Ciba-Geigy qui sont tous deux des photoinitiateurs, 1 g de surfactant, Byk® 300 de Byk-Malinckrodt et 100 g d'éthanol pur. Une fois revêtu, on laisse le substrat parfaitement horizontal dans une atmosphère dépoussiérée pendant 20 minutes pour permettre au solvant de s'évaporer et au surfactant de tendre la surface du vernis et on durcit ensuite le revêtement à l'aide d'une lampe UV de 80 W/cm pendant 5 secondes. La rugosité mesurée est de l'ordre de 0,3  $\mu\text{m}$  en moyenne soit un ordre de grandeur inférieure à celle du substrat.

Il semble donc comme on l'a déjà dit précédemment que le mode de réalisation de l'invention par réplique à travers une plaque de verre polie en utilisant un vernis avec une charge minérale greffée qui réduit le retrait et augmente la dureté du revêtement constitue le mode préféré de l'invention, aussi bien en raison des résultats obtenus que de la rapidité de mise en oeuvre.

Compte tenu des contraintes extrêmement rigoureuses imposées à la fabrication de ces disques qui doivent notamment rester parfaitement plats, il n'est pas souhaitable d'envisager l'utilisation de résines polymérisables à chaud ou de résines thermoplastiques. Par contre, on pourrait imaginer l'utilisation d'autres vernis polymérisables avec d'autres sources de rayonnement électromagnétique telles que les vernis polymérisables par des



faisceaux d'électrons ou encore les résines époxy associées à un précurseur cationique pour une polymérisation photo-cationique.

Comme on l'a indiqué précédemment, l'invention décrite ci-dessus n'est pas limitée aux disques de type "Winchester" mais est également applicable à d'autres surfaces pour lesquelles un degré de rugosité très inférieur au micron est nécessaire. C'est ainsi que l'on a cité, comme autre application particulièrement intéressante de l'invention, les surfaces réflectrices pour les lasers de puissance. Dans le cas de cette application, la présence de résine, même en couche très mince de l'ordre de 10 à 20  $\mu\text{m}$  peut ne pas être acceptable en raison de la mauvaise conductibilité thermique des résines. Le EP 0.069.133 susmentionné se rapporte à des résines photopolymérisables chargées de particules minérales greffées, notamment de silice hydrophobe et d'alumine. Ce brevet mentionne des exemples dans lesquels 30% d'alumine en poids est incorporée à la résine. Compte tenu des propriétés conductrices de l'alumine, une résine de ce type ne présenterait pas l'inconvénient susmentionné. Toutefois, les particules d'alumine utilisées comme charges devront avoir une granulométrie qui ne dépasse pas l'épaisseur de la couche.

Comme dans le cas du disque "Winchester" la couche de vernis est métallisée, soit par voie chimique, soit par voie physique (PVD), qui sont toutes deux des techniques bien connues. On peut déposer ainsi soit de l'aluminium, soit de l'argent, soit encore du cuivre avec couche intermédiaire. Dans tous les cas, l'adhérence sur le substrat de résine est excellente.

Bien que dans les exemples qui précèdent le support de la couche de vernis soit de l'aluminium, l'invention est applicable à des supports composés d'autres matériaux tels que de la céramique ou des matériaux composites renforcés de fibres de verre ou de carbone notamment. En effet, dans le cas de supports de ce type, non seulement le polissage coûte cher, mais il est en général impossible à obtenir compte tenu de la structure du matériau lui-même. Or de tels supports peuvent présenter un grand intérêt compte tenu de leur faible densité et de leurs bonnes propriétés mécaniques.

De même, bien que les exemples cités se rapportent à des substrats pour couches minces métalliques, des couches diélectriques ne sont pas exclues en particulier dans le domaine des miroirs pour lasers de puissance.

Il est également évident pour l'homme du métier qu'il est possible de



réaliser des formulations avec plusieurs monomères mélangés, utilisés seuls ou dans lesquels sont dissous un ou plusieurs oligomères.

## REVENDICATIONS

1. Procédé pour réaliser une surface lisse sur un substrat avec une rugosité d'au moins un ordre de grandeur inférieure à celle du substrat, selon lequel on forme un revêtement d'une résine polymérisable sur au moins une face de ce substrat et on polymérise ce revêtement, caractérisé par le fait que l'on forme ce revêtement à partir d'un vernis comprenant au moins un monomère ou au moins un monomère réactif dans lequel est dissous ou dilué au moins un oligomère et on soumet ce vernis à un rayonnement électromagnétique ou corpusculaire pour le polymériser.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on incorpore un photoinitiateur au vernis et on le soumet à un rayonnement UV.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé par le fait que l'on forme ledit revêtement par réplique d'un moule dont la surface de moulage présente une rugosité correspondant à celle désirée pour la dite surface lisse et réalisé en un matériau transparent, on polymérise le vernis en faisant passer ledit rayonnement à travers le matériau transparent dudit moule et on sépare ce moule dudit revêtement.

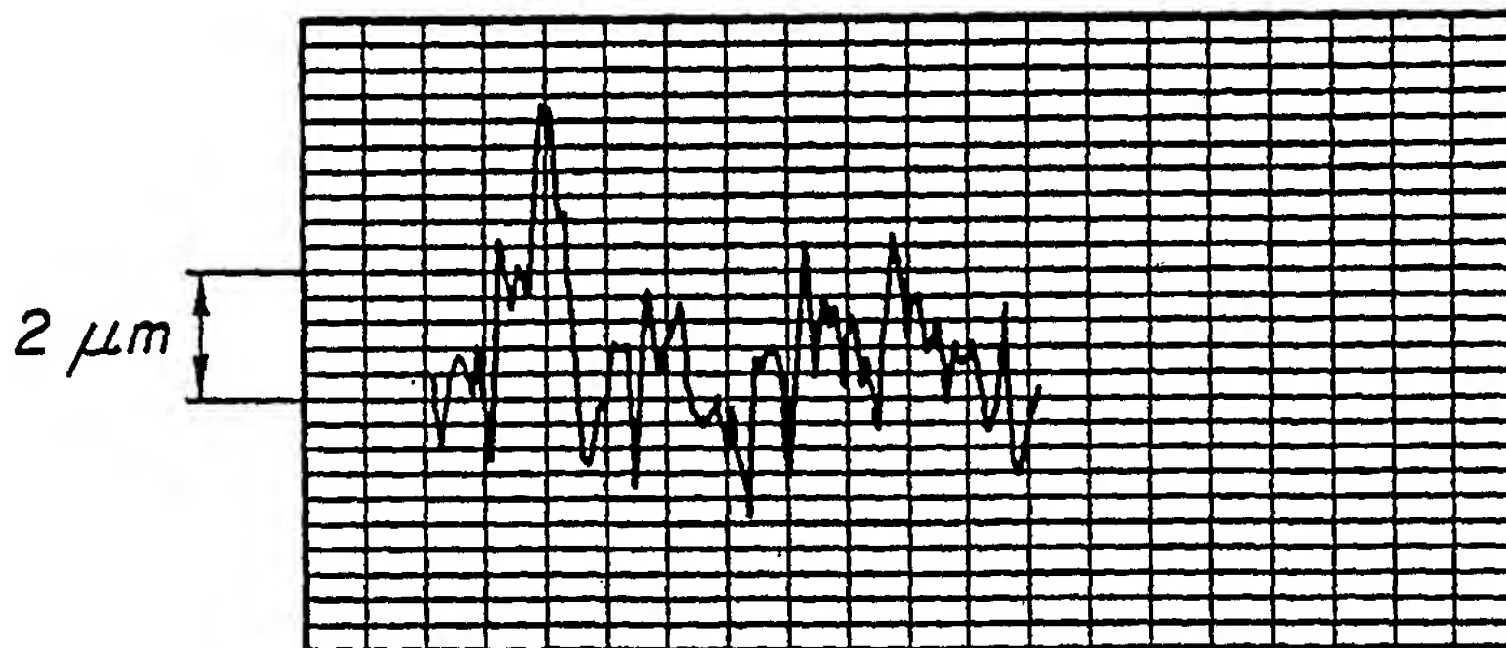
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on fait tourner ledit substrat en maintenant sa face à revêtir horizontale, que l'on verse ledit vernis au centre de cette face pour le répartir uniformément sur elle et que l'on soumet ce vernis audit rayonnement pour le polymériser.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'on trempe ledit substrat dans un bain formé par ledit vernis liquide, qu'on le retire de ce bain et que l'on expose le vernis recouvrant ledit substrat audit rayonnement pour le polymériser.

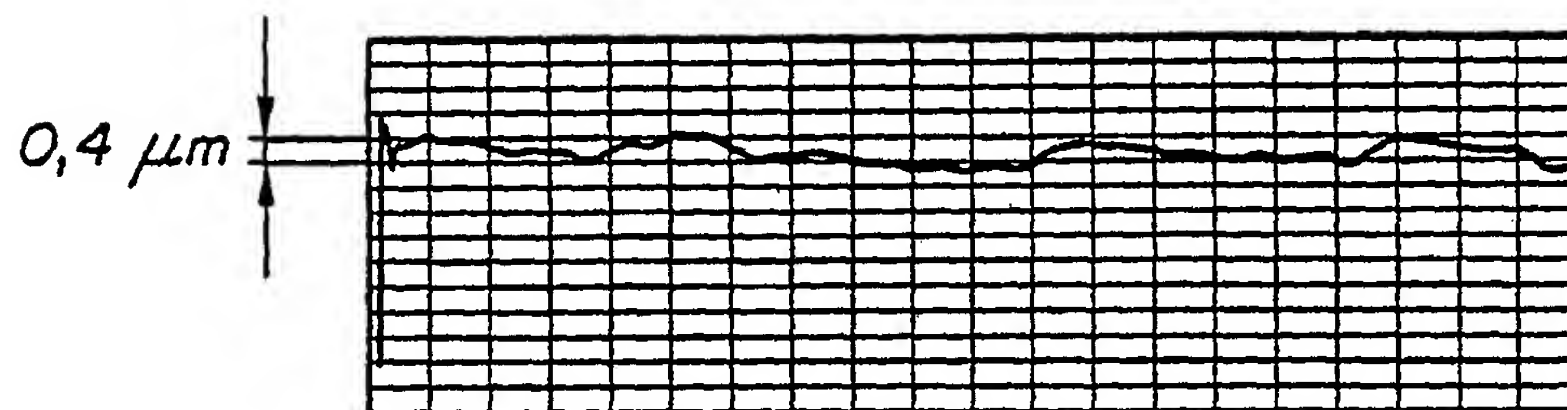
6. Procédé selon l'une des revendications 1, 4 et 5, caractérisé par le fait que l'on dissout ledit vernis dans un solvant pour adapter sa viscosité en fonction de l'épaisseur désirée pour ledit revêtement.

7. Procédé selon la revendication 3, caractérisé par le fait que ledit substrat est constitué par une plaque sur les deux faces parallèles duquel on réalise une surface dont la rugosité est inférieure à  $0,05 \mu\text{m}$ , que l'on forme simultanément les revêtements de chacune desdites faces par réplique de deux surfaces de moulages respectives ménagées dans deux parties transparentes d'un moule dans lequel est placé ledit substrat et on photopolymérise les revêtements ménagés sur chaque face de ce substrat à travers les parois respectives du moule.

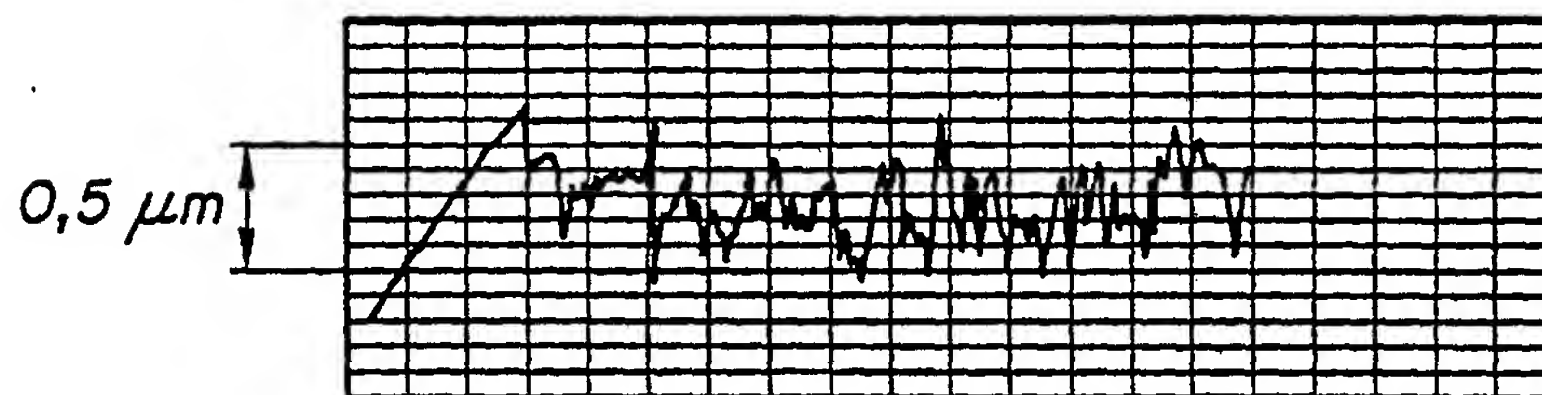
1/1



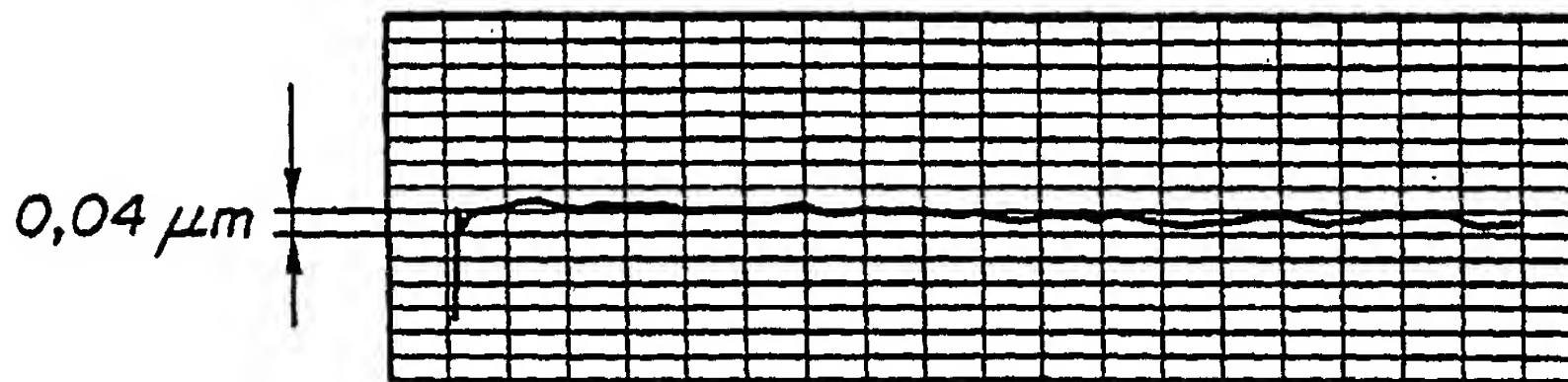
**FIG. 1**



**FIG. 2**



**FIG. 3**



**FIG. 4**

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/CH 87/00044

<b>I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> (If several classification symbols apply, indicate all) *		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int.Cl. <sup>4</sup> : G 11 B 5/64; H 01 F 10/26; B 05 D 3/06		
<b>II. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum Documentation Searched <sup>7</sup>		
Classification System	Classification Symbols	
Int.Cl. <sup>4</sup> :	B 05 D; G 11 B; H 01 F	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched *		
<b>III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b> *		
Category *	Citation of Document, <sup>11</sup> with Indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>12</sup>	Relevant to Claim No. <sup>13</sup>
X	EP, A, 0055819 (IBM) 14 July 1982, see page 1, lines 15-18; page 2, lines 25-31; page 4, lines 1-5, 18-22	1, 4
A	see page 6, example 5	5, 6
---		
A	FR, A, 2423322 (PHILIP'S GLOEILAMPEN-FABRIEKEN) 16 November 1979, see page 7, lines 32-38	2
A	see claim 10; figure 1	3
-----		
<p>* Special categories of cited documents: <sup>10</sup></p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the International filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>		
<b>IV. CERTIFICATION</b>		
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report	
25 June 1987 (25.06.87)	28 July 1987 (28.07.87)	
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer	
European Patent Office		



ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON

INTERNATIONAL APPLICATION NO.

PCT/CH 87/00044 (SA 16806)

This Annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 08/07/87

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A- 0055819	14/07/82	JP-A- 57121064 US-A- 4515828	28/07/82 07/05/85
FR-A- 2423322	16/11/79	NL-A- 7804036 DE-A- 2915209 JP-A- 54138406 GB-A,B 2024044 AU-A- 4604779 US-A- 4272574 AT-B- 364178 AU-B- 522440 CA-A- 1141462	19/10/79 25/10/79 26/10/79 09/01/80 25/10/79 09/06/81 25/09/81 03/06/82 15/02/83

For more details about this annex :  
see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale N° PCT/CH 87/00044

<b>I. CLASSEMENT DE L'INVENTION</b> (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) <sup>7</sup>		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB CIB <sup>4</sup> :     G 11 B 5/64; H 01 F 10/26; B 05 D 3/06		
<b>II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTÉ</b>		
Documentation minimale consultée <sup>8</sup>		
Système de classification	Symboles de classification	
CIB <sup>4</sup>	B 05 D; G 11 B; H 01 F	
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté <sup>9</sup>		
<b>III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS</b> <sup>10</sup>		
Catégorie <sup>*</sup>	Identification des documents cités, <sup>11</sup> avec indication, si nécessaire, des passages pertinents <sup>12</sup>	N° des revendications visées <sup>13</sup>
X	EP, A, 0055819 (IBM) 14 juillet 1982 voir page 1, lignes 15-18; page 2, lignes 25-31; page 4, lignes 1-5, 18-22	1, 4
A	voir page 6, exemple 5	5, 6
A	FR, A, 2423322 (PHILIPS' GLOEILAMPEN-FABRIEKEN) 16 novembre 1979 voir page 7, lignes 32-38	2
A	voir revendication 10; figure 1	3
-----		
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 48%;"> <p><sup>*</sup> Catégories spéciales de documents cités: <sup>11</sup></p> <p>« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>« E » document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date</p> <p>« L » document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)</p> <p>« O » document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens</p> <p>« P » document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée</p> </div> <div style="width: 48%;"> <p>« T » document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention</p> <p>« X » document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive</p> <p>« Y » document particulièrement pertinent: l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier.</p> <p>« &amp; » document qui fait partie de la même famille de brevets</p> </div> </div>		
<b>IV. CERTIFICATION</b>		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale	
25 juin 1987	28 JUL 1987	
Administration chargée de la recherche internationale OFFICE EUROPEEN DES BREVETS	Signature du fonctionnaire autorisé M. VAN MOL	

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE RELATIVE

A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO. PCT/CH 87/00044 (SA 16806)

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche international visé ci-dessus. Lesdits membres sont ceux contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 08/07/87

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevets	Date de publication
EP-A- 0055819	14/07/82	JP-A- 57121064	28/07/82
		US-A- 4515828	07/05/85
FR-A- 2423322	16/11/79	NL-A- 7804036	19/10/79
		DE-A- 2915209	25/10/79
		JP-A- 54138406	26/10/79
		GB-A, B 2024044	09/01/80
		AU-A- 4604779	25/10/79
		US-A- 4272574	09/06/81
		AT-B- 364178	25/09/81
		AU-B- 522440	03/06/82
		CA-A- 1141462	15/02/83

Pour tout renseignement concernant cette annexe :  
voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No. 12/82